

ATMOSPHERIC PRESSURE IONIZING TYPE SPECIMEN INTRODUCING APPARATUS

Julkaisuja muista maista

Patenttinumero: JP60127453 (A)

Julkaisupäivä: 1985-07-08

Keksijä(t): SAKAIRI MINORU +

Hakija(t): HITACHI LTD +

Patenttisuokitus

- kansainvälinen G01N27/62; G01N30/72; H01J49/04; G01N27/62;
G01N30/00; H01J49/02; (IPC1-7): G01N27/62; H01J49/04

- eurooppalainen G01N30/72L4

Hakemusnumero: JP19830233668 19831213

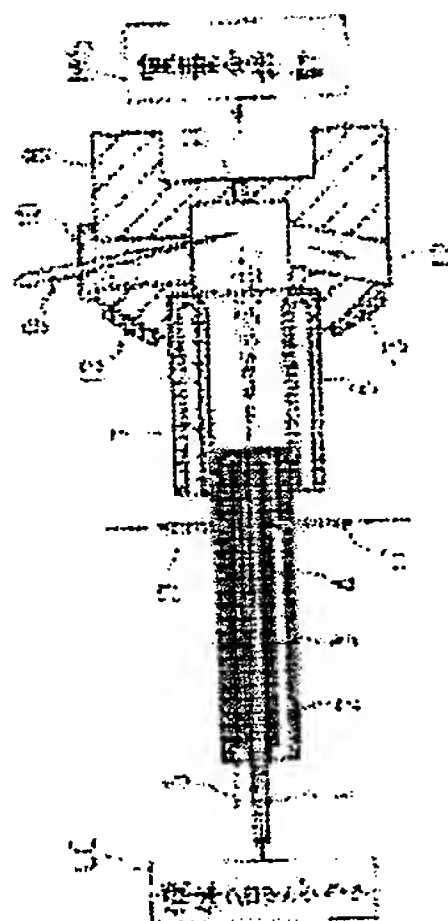
Etuoikeusnumero(t): JP19830233668 19831213

☒ JP6005228 (B)
☐ JP1987829 (C)

Tiivistelmä JP 60127453 (A)

PURPOSE: To stably ionize a liquid specimen by eliminating the mixing or contamination of liquid large particles and improving the directionality of vaporized gas, by vaporizing the liquid specimen through a pipe with a specific inner diameter having a heating source mounted to the outer peripheral part thereof to form a mist like jet stream while introducing said jet stream into an atmospheric pressure ion source.

CONSTITUTION: In an apparatus for vaporizing and ionizing a liquid specimen, especially, the specimen from a liquid chromatograph apparatus while introducing ionized gas into the vacuum chamber of a mass spectrometer, the liquid specimen is introduced into, for example, a stainless pipe 1 with an inner diameter of 0.15mm. or less from one end thereof and heated by the nichrome wire wound around the pipe 1 through an insulating pipe 3 while a heating temp. is controlled by a thermocouple 5 to form a mist like jet stream which is, in turn, introduced into an ion source chamber 8. An electrode needle 9, an excessive gas escape port 12 and a fine orifice 11 communicated with the mass spectrometer are provided to the chamber 8 and a heater 13 is mounted thereto. Carrier gas is supplied into a glass pipe 6 equipped with a heater 7 from a pipe 17 and sent to the chamber 8 along with the jet stream. By this method, ionization is performed stably and analytical efficiency can be enhanced.



Tiedot saatu *espacenet* tietokannasta — Worldwide

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-127453

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)7月8日

G 01 N 27/62

C-7363-2G

30/72

7621-2G

H 01 J 49/04

6680-5C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 大気圧イオン化式試料導入装置

⑯ 特 願 昭58-233668

⑰ 出 願 昭58(1983)12月13日

⑱ 発 明 者 坂 入 実 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑲ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

⑳ 代 理 人 弁理士 中村 純之助

明 細 書

1. 発明の名称 大気圧イオン化式試料導入装置

2. 特許請求の範囲

(1) 液体試料を気化しこの気化された試料を、質量分析計の真空室と細孔を介して隣接して室内が大気圧のイオン源室に導びき、このイオン源室においてコロナ放電用針電極への電界印加でイオン化して前記細孔を介して被分析試料として送り込む大気圧イオン化式試料導入装置において、外周部に加熱源を備えて一方端から注入される液体試料を温度制御可能に加熱して気化させ他方端から霧状のジェット流として噴出させる、内径が0.15 mm 以下のパイプの上記他方端を前記イオン源室に接続したことを特徴とする大気圧イオン化式試料導入装置。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の利用分野〕

本発明は、液体試料を大気圧下で気化及びイオン化して質量分析計の真空室に導入する大気圧イ

オン化式試料導入装置に係り、特に、液体クロマトグラフ装置と質量分析計との間をつなぐインターフェイスとして用いて安定なイオン化を実現するのに好適な大気圧イオン化式試料導入装置に関するものである。

〔発明の背景〕

従来技術を第1図によって説明する。これは、液体クロマトグラフ装置（以下 LC と記す）で分離された液体試料を順次、大気圧イオン化式の試料導入装置に入れ、ここで気化とイオン化を行なって、キャリアガスにより質量分析計（以下 MS と記す）の真空室に送り込み、試料の質量スペクトルを測定する例である〔"Journal of Chromatography." Vol 99, p13, 1974 参照〕。第1図において、LC において分離されて送り出されてくる液体試料はステンレスパイプ1を介して、大気圧イオン化試料導入室内の内径数 mm 程度のガラスパイプ18上に、一たん、落とされる。このガラスパイプ18はヒータ13によって加熱されているので液体試料はここで気化され、キャリアガス（窒素、ヘリ

ウム、アルゴンなど) 17に押されて図示右方に送られ、コロナ放電用針電極9のところで大気圧下でイオン化され、その一部が細孔11を経てMSの真空室に導入されて質量分析され、細孔に入らない試料分子や溶媒分子は余剰ガス逃げ口12を通過して外に出るようになっている。

しかし、以上のような従来構成には次のような問題点があった。即ち、従来構成では、LCからの液体試料がステンレスパイプ1の先端から粒状になって、加熱ガラスパイプ18の上に、一たん、落ちてから、はじめて気化される方式であることから、時々大きな粒が混入して気化が円滑に行なわれないという問題点があった。大きな液体の粒は大気圧イオン化法におけるコロナ放電を不安定にするので、ガラスパイプ18の途中位置にガラスウール16を配置して、大きな粒子の移動を防ぐことが従来行なわれていたが、これはガスの指向性を悪くするという問題を生じていた。さらに、ガラスウールの汚染による試料の混合という問題もあった。

〔発明の実施例〕

以下、本発明の一実施例を第2図により、パイプ外周に設ける加熱源の構成が上記実施例と異なる実施例を第3図により説明する。第2図及び第3図において、1は内径が0.1mm、外径が0.3mmのステンレスパイプで、その一方端はLCから分離されて出力してくる液体試料を取り込むようにLCに接続しており、その他方端は内径が8mm程度、外径が10mm程度の銅パイプ2の端部に溶接され、途中はステンレスパイプ1に密接した絶縁管3に巻いたニクロム線4で400℃程度まで加熱できるようにしている。このステンレスパイプ1の他の加熱方法として、第3図に示すように、ステンレスパイプ1を銅ブロック14中に銀ロウ付けして、この銅ブロック14をカートリッジ・ヒータ15あるいはニクロム線で加熱することも可能である。いずれの場合も、熱電対5によりステンレスパイプ1の温度は調節可能に制御される。LCから出力されてステンレスパイプ1中に取り込まれた液体試料は、ステンレスパイプ1の加熱部を

〔発明の目的〕

本発明の目的は、従来技術での上記した問題点を解決し、円滑な気化と安定なイオン化を大気圧下で行なうことができ、特にLCと組合せて用いてLCから順次分離、出力されてくる液体試料を次々と取込んで、気化及びイオン化して取込んだ順序に次々とMSの真空室側に導入するのに好適な大気圧イオン化式試料導入装置を提供することにある。

〔発明の概要〕

本発明の特徴は、液体試料を気化してイオン源室に導びきここでコロナ放電用針電極への電界印加で大気圧下でイオン化して細孔を介して真空の質量分析計に送り込む方式の大気圧イオン化試料導入装置において、外周部に加熱源を備えて一方端から注入される液体試料を温度制御可能に加熱して気化させ他方端から霧状のジェット流として噴出させる、内径が0.15mm以下のパイプの上記他方端を前記イオン源室に接続する構成とするにある。

通る間に気化されて、その他端部から霧状のジェット流となって大気圧下にある空気中に噴出する。ステンレスパイプ1に内径が0.1mmの細管を用いているので、噴出する霧状の気化試料には大きな粒が混入していることはなく、また細管を用いることから気化試料の噴出方向の指向性も良い。このときのステンレスパイプ1の温度は、通過する試料の種類にもよるが、通常は150℃～300℃の範囲で気化する。このように、ステンレスパイプ1には、液体試料を加熱、気化する機能と、気化試料中に粒の大きなものを混入させずにジェット流として空気中に噴出させる機能とがあるので、内径寸法には上限がある。実験結果では、内径0.15mm以下とすれば、噴出する霧状のジェット流に粒の大きなものが混入することにはなかった。内径を上記以上の大きいものにするると、霧滴中に粒の大きなものが混入しはじめるのが観察され、また噴出方向の指向性も劣化しはじめ、さらに、加熱に要するヒータの熱容量もパイプ径が大となるほど大となり試料移動方向での温度分布の一様性が

悪化するのが認められた。内径寸法には下限はなく、細いほど良いが、一様な内径寸法とするパイプ加工技術と経済性とで決定される。

ステンレスパイプ1の端部から噴出した気化試料は、キャリアガス17に送られて、まず、イオン源室8と一体的に設けられているガラスパイプ6を通過して、ここでさらに霧滴の粒径を小さくされる。ガラスパイプ6には加熱用のニクロム線7が巻いてあるが、これは、円筒状のセラミック・ヒータ・パイプを採用することもできる。ガラスパイプ6の中を通過する間に粒径が小さくなった霧滴は、MSと細孔11によって隣接しているイオン源室8に入る。ガラスパイプ6とイオン源室8の温度は、ガラスパイプ6の加熱温度と同程度か、やや低めに保つ。13はイオン源室8を加熱するヒータで、セラミック・ヒータやカートリッジ・ヒータなどが用いられる。イオン源室8に導入された気化試料はコロナ放電用の針電極により大気圧下でイオン化され、その一部が細孔11を通過して真空中の質量分析部に入り、質量スペクトルの測定が行なわ

れる。針電極9の先端は曲率半径が10 μ m程度となるように加工されており、この先端部分が細孔11の直前に位置するように配置される。針電極9は絶縁体10によってイオン源室8と電気的に絶縁されている。細孔11に入らない余分の気化試料やキャリアガスは余剰ガス逃げ口12を通過して外に出る。

このように、実施例装置によれば、大気圧に保たれているイオン源室に気化試料を導入する際に、粒径が小さく揃った霧状のジェット流として指向性良く導入することが可能となり、従って大気圧下での安定したイオン化を実現することができ、特にLCと組合せて用いれば、LCから順次分離、出力されてくる液体試料を次々と取り込んで、気化及びイオン化して、取り込んだ順序に次々とMS側に能率よく送出することが可能となり、MS分析効率を大幅に向上させることが可能となる。

なお、実施例ではLCと組合せて液体試料をMS側に送るとして説明したが、単体の液体試料を直接ステンレスパイプに取り込んでMS側に送る場

合も、上記実施例の場合と同様に作用し、同様の効果を生じさせ得ることはもちろんである。

〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明によれば、内径0.15 mm以下の細管を用いて加熱気化する構成としたことにより、イオン源室に入る気化試料に粒の大きなものが混入されることがなく、大気圧下でのイオン化を安定に実現することができ、特に、液体クロマトグラフ装置と組合せて用いれば、分離、出力されてくる多種の液体試料を次々とそのままの順序で質量分析計側に送り出すことができ、分析効率を大幅に向上させることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来例を示す断面図、第2図及び第3図は本発明の実施例を示す断面図である。

<符号の説明>

- | | |
|------------|------------|
| 1…ステンレスパイプ | 2…銅パイプ |
| 3…絶縁管 | 4, 7…ニクロム線 |
| 5…熱電対 | 6…ガラスパイプ |
| 8…イオン源室 | |

9…コロナ放電用の針電極

10…絶縁体

11…細孔

12…余剰ガス逃げ口

13…ヒータ

14…銅ブロック

15…カートリッジ・ヒータ

16…ガラスウール

17…キャリアガス

18…ガラスパイプ

代理人弁理士 中村純之助

図1

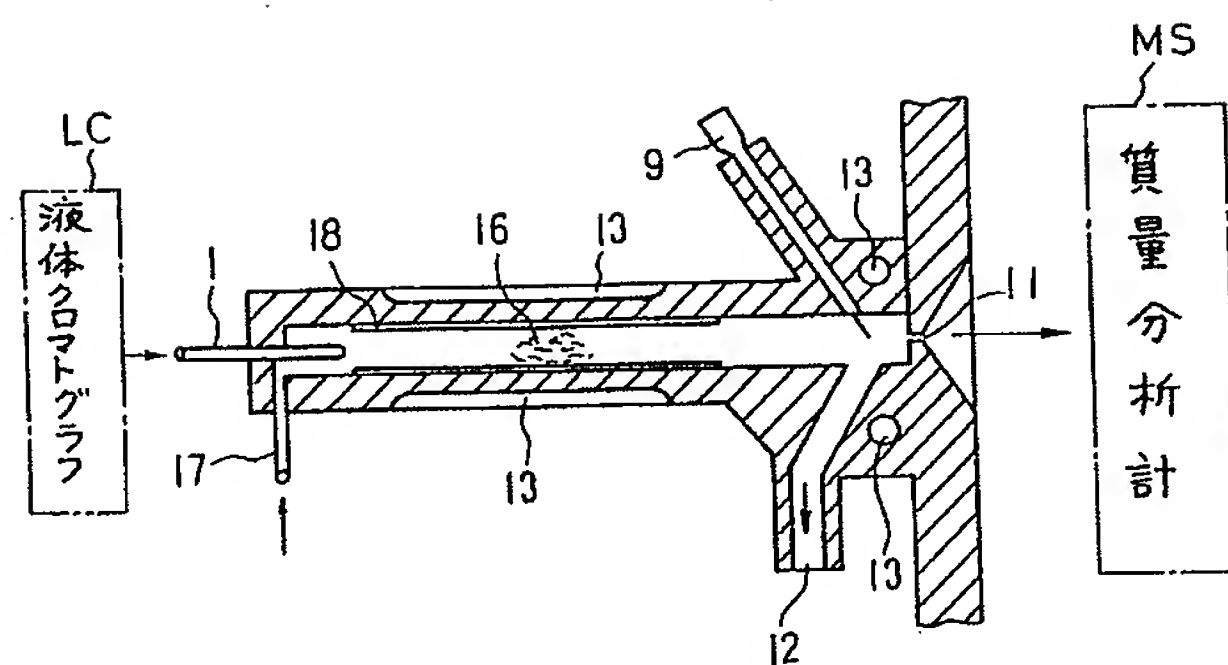


図2

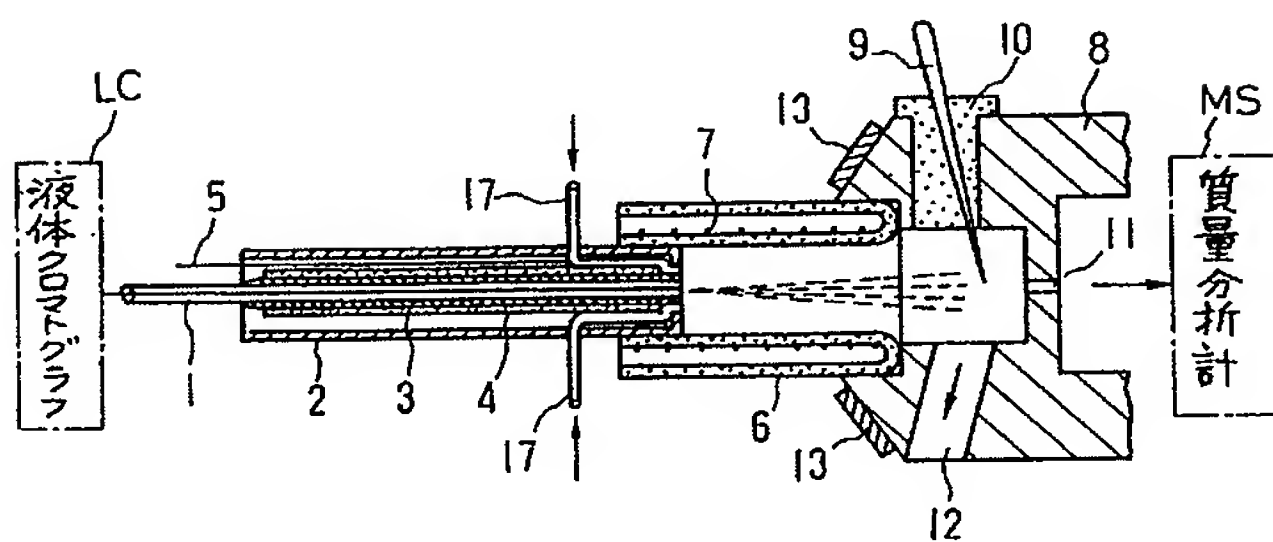


図3

